

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

51

Int. Cl.: C 07 c

1  
12  
2-3

BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND

DEUTSCHES PATENTAMT



52

Deutsche Kl.: 12 o. 2/01

19

# Offenlegungsschrift 1905 517

11

Aktenzeichen: P 19 05 517.5

21

Anmeldetag: 5. Februar 1969

22

Offenlegungstag: 20. August 1970

43

Ausstellungspriorität: —

50

Unionspriorität

52

Datum: —

53

Land: —

31

Aktenzeichen: —

54

Bezeichnung: Anlage zur Herstellung von 1,2-Dichloräthan

61

Zusatz zu: —

62

Ausscheidung aus: —

71

Anmelder: Knapsack AG, 5033 Knapsack

Vertreter: —

72

Als Erfinder benannt: Wessermann, Dipl.-Ing. Rudolf;  
Eule, Dipl.-Ing. Wilhelm; 5033 Knapsack;  
Köhler, Dipl.-Ing. Edmund, 5030 Hermülheim

Benachrichtigung gemäß Art. 7 § 1 Abs. 2 Nr. 1 d. Ges. v. 4. 9. 1967 (BGBl. I S. 960): —

1905517

2  
10

1905517

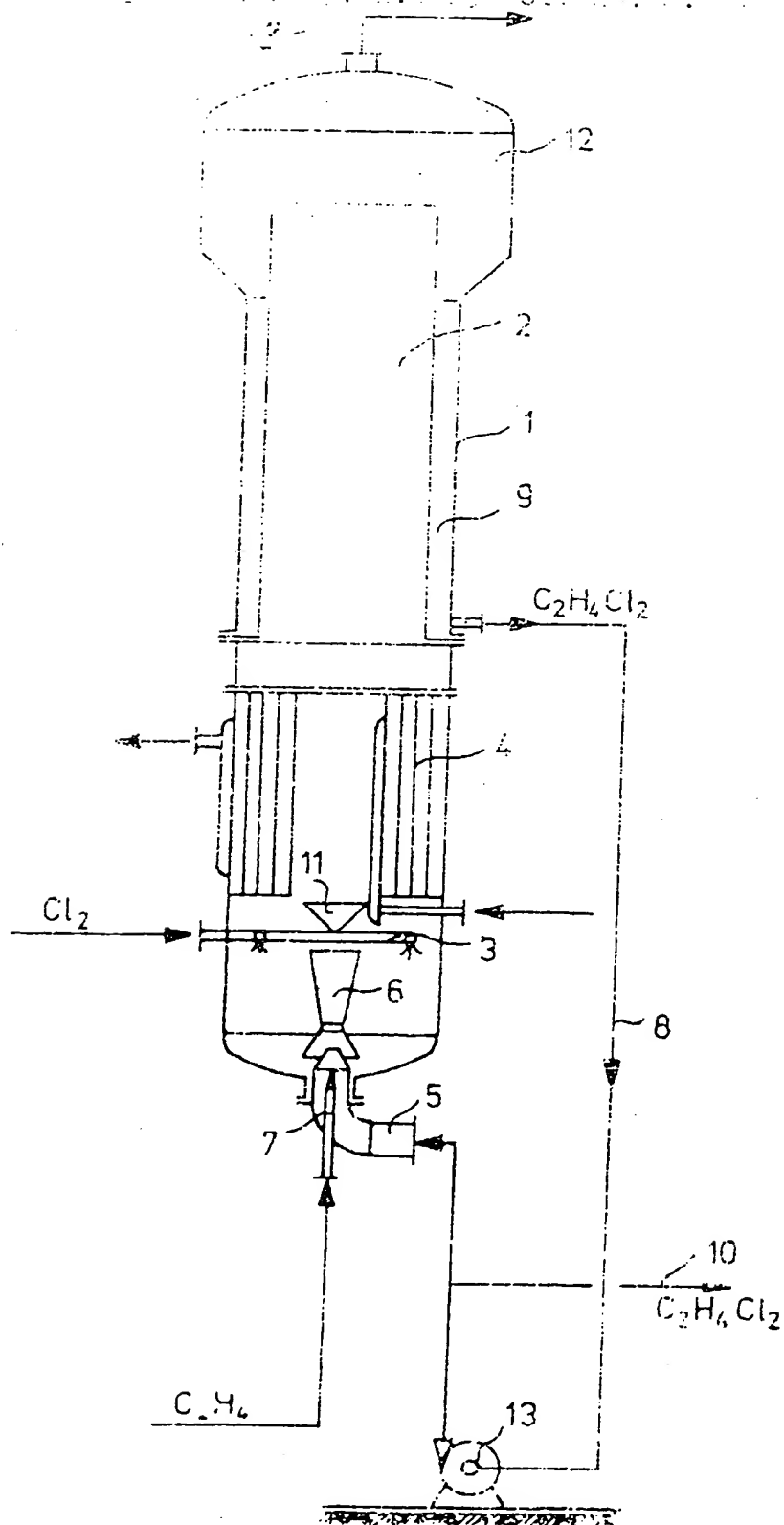


Fig. 1

## Patentansprüche:

- 1) Vorrichtung zur Herstellung von 1,2-Dichloräthan aus gasförmigem Äthylen und gasförmigem Chlor, gekennzeichnet durch einen Reaktionsbehälter (1) zur Aufnahme des als flüssiges Reaktionsmedium dienenden Dichloräthans, dessen oberer Teil ein Nachreaktionsrohr (2) und dessen unterer Teil ein waagrecht angeordnetes Verteilerrohr (3) mit einer Zuleitung für Chlor und darüber einen Spiralwärmetauscher (4) mit Zu- und Ableitungen für Kühlwasser, ferner einen Injektor (5) mit aufgesetzter Umwälzdüse (6) und eine in den Injektor (5) eingebaute Düse (7) mit einer Zuleitung für Äthylen enthält, eine Umlaufleitung (8) für Dichloräthan, welche den Behälter (1) am unteren Ende eines das Nachreaktionsrohr (2) ringförmig umgebenden Vorratsraumes (9) verläßt und in den Injektor (5) mündet, und eine von der Umlaufleitung (8) abzweigende Entnahmeleitung (10) für Dichloräthan.
- 2) Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Injektor (5) mit eingebauter Äthyleneintrittsdüse (7) und aufgesetzter Umwälzdüse (6) in den Boden des Reaktionsbehälters (1) eingebaut und senkrecht nach oben gerichtet ist; daß über der Umwälzdüse (6) das Chlorgas-Verteilerrohr (3) und zwischen diesem und dem Spiralwärmetauscher (4) in der Fluchtlinie der Umwälzdüse (6) ein gestürzter Strömungskegel (11) angeordnet ist.
- 3) Vorrichtung nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß der Injektor (5) mit der Äthyleneintrittsdüse (7) oberhalb des Spiralwärmetauschers (4) von der Seite her in den Reaktionsbehälter (1) eingebaut und durch die Mitte des Spiralwärmetauschers führend senkrecht nach unten gekrümmt ist, wobei das Mundstück der nach unten gerich-

teten Umwälzdüse (6) unterhalb des Spiralwärmetauschers über dem Chlorgas-Verteilerrohr (3) endet.

- 4) Vorrichtung nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, daß der Injektor (5) und die in ihn eingebaute Äthyleneintrittsdüse (7) von zwei verschiedenen Seiten her durch die Reaktionsbehälterwandung eingeführt sind.

KNAPSACK AKTIENGESELLSCHAFT  
Knapsack bei Köln

K 826

Anlage zur Herstellung von 1,2-Dichloräthan

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Herstellung von 1,2-Dichloräthan aus gasförmigem Äthylen und gasförmigem Chlor.

Bei der Umsetzung des gasförmigen Chlors mit dem in 1,2-Dichloräthan gelösten Äthylen kommt es darauf an, daß die Durchmischung der Reaktionsteilnehmer möglichst vollständig ist, die Umsetzung bei möglichst tiefer Temperatur vor sich geht, und die Reaktionswärme so schnell wie möglich abgeführt wird, um die Weiterreaktion von 1,2-Dichloräthan und Chlor zu Trichloräthan und Chlorwasserstoff zu unterbinden.

Es sind hierzu verschiedene Ausführungsformen möglich, von denen zwei in den beiden Zeichnungsschemata beispielhaft dargestellt sind, welche Querschnitte des Reaktionsbehälters samt den vorgesehenen Einbauten sowie die zugehörigen Leitungen zeigen.

Wie den Figuren 1 und 2 entnommen werden kann (die Zeichnungen sollen die Erfindung erläutern, nicht auf das tatsächlich Gezeigte beschränken), ist die erfindungsgemäße Vorrichtung gekennzeichnet durch einen Reaktionsbehälter 1 zur Aufnahme des als flüssiges Reaktionsmedium dienenden Dichloräthans, dessen oberer Teil ein Nachreaktionsrohr 2 und dessen unterer Teil ein waagerecht angeordnetes Verteilerrohr 3 mit einer Zuleitung für Chlor und darüber einen Spiralwärmetauscher 4 mit Zu- und Ableitungen für Kühlwasser, ferner einen Injektor 5 mit aufgesetzter Umwälzdüse 6 und eine in den Injektor 5 eingebaute Düse 7 mit einer Zuleitung für

Äthylen enthält, eine Umlaufleitung 8 für Dichloräthan, welche den Behälter 1 am unteren Ende eines das Nachreaktionsrohr 2 ringförmig umgebenden Vorratsraumes 9 verläßt und in den Injektor 5 mündet, und eine von der Umlaufleitung 8 abzweigende Entnahmeleitung 10 für Dichloräthan.

Entsprechend Figur 1 kann eine besondere Ausführungsform der Vorrichtung gemäß der Erfindung darin bestehen, daß der Injektor 5 mit eingebauter Äthyleneintrittsdüse 7 und aufgesetzter Umwälzdüse 6 in den Boden des Reaktionsbehälters 1 eingebaut und senkrecht nach oben gerichtet ist; daß über der Umwälzdüse 6 das Chlorgas-Verteilerrohr 3 und zwischen diesem und dem Spiralwärmetauscher 4 in der Fluchtlinie der Umwälzdüse 6 ein gestürzter Strömungskegel 11 angeordnet ist.

Entsprechend Figur 2 kann eine andere Ausführungsform der Vorrichtung gemäß der Erfindung dadurch gekennzeichnet sein, daß der Injektor 5 mit der Äthyleneintrittsdüse 7 oberhalb des Spiralwärmetauschers 4 von der Seite her in den Reaktionsbehälter 1 eingebaut und durch die Mitte des Spiralwärmetauschers führend senkrecht nach unten gekrümmt ist, wobei das Mundstück der nach unten gerichteten Umwälzdüse 6 unterhalb des Spiralwärmetauschers über dem Chlorgas-Verteilerrohr 3 endet. Dabei können der Injektor 5 und die in ihn eingebaute Äthyleneintrittsdüse 7 von zwei verschiedenen Seiten her durch die Reaktionsbehälterwandung eingeführt sein.

Das Kopfstück des Reaktionsbehälters 1 ist zweckmäßig als erweitertes Entgasungsteil 12 ausgebildet und besitzt ein Abgasventil. In die Umlaufleitung 8 ist eine Pumpe 13 eingebaut.

Der Reaktionsbehälter ist bis in den Entgasungsteil 12 hinauf vollkommen mit flüssigem 1,2-Dichloräthan gefüllt, welches durch die Umlaufleitung 8 im Kreislauf gepumpt wird. Durch die Düse 7 wird kontinuierlich gasförmiges Äthylen bei normaler Temperatur in den Injektor 5 eingeleitet, wobei sich das im Kreislauf gepumpte Dichloräthan kurz vor seinem Wiedereintritt in den Reaktionsbehälter mit Äthylen sättigt.

Das Dichloräthan/Äthylen-Gemisch gelangt aus der Umlauzdüse 6 in den mit Dichloräthan gefüllten Behälter 1 und trifft mit dem aus dem Verteilerrohr 3 bei normaler Temperatur austretenden Chlorgas zusammen. Bei der Anordnung gemäß Figur 1 wird das im Dichloräthan gelöste Chlor und Äthylen, welches schnell unter Wärmeentwicklung (52 kcal je Formelumsatz) zu Dichloräthan reagiert, mit Hilfe des Strömungskegels 11 seitlich abgeleitet und durch einen intensiv kühlenden Spiralwärmetauscher 4 geführt, der dafür sorgt, daß die Temperatur der Reaktionsmischung stets unterhalb 48°C, vorzugsweise zwischen 40 und 45°C bleibt. Bei der Anordnung gemäß Figur 2 tritt das Dichloräthan/Äthylen-Gemisch von oben kommend zwischen Chlorgas-Verteilerrohr 3 und Spiralwärmetauscher 4 in die Behälterflüssigkeit ein und reagiert in der Umgebung des Verteilerrohres 3 mit dem Chlor. Das rohe Dichloräthan entweicht sodann infolge der Kreislauf-führung - ein Strömungskegel ist nicht erforderlich - durch den Spiralwärmetauscher 4 nach oben in das Nachreaktionsrohr 2 und gelangt, frei von elementarem Chlor, in den Entgasungsteil 12. Da man Äthylen, bezogen auf Chlor, mit einem geringen molaren Überschuß einsetzt, enthält das im Entgasungsteil 12 befindliche Dichloräthan noch etwas Äthylen, welches jedoch über das Ventil am Kopf des Entgasungsteiles entweicht. Das entgaste Dichloräthan sinkt nunmehr in den konzentrisch das Nachreaktionsrohr 2 umgebenden Vorratsraum



9 herab und verläßt diesen durch die Umlaufleitung 8, aus welcher ein bestimmter Anteil des Dichloräthandurchsatzes, im allgemeinen 0,7 bis 0,8 %, über die Entnahmeleitung 10 als Rohprodukt zur Destillation abgezogen wird.

Die erfindungsgemäße Vorrichtung ist aus verschiedenen Gründen besonders vorteilhaft: Unterhalb des Spiralwärmetauschers findet eine gute Durchmischung zwischen Chlor und Äthylen innerhalb des Reaktionsmediums Dichloräthan statt. Die Reaktionswärme wird sofort oberhalb der Reaktionszone abgeführt. Infolge der hohen Flüssigkeitgeschwindigkeiten (mehr als 1 m/sec), die in einem Spiralwärmetauscher sowohl auf der Kühlwasserseite wie auf der Produktseite erzielt werden können, läßt sich dieser sehr viel kompakter und aufgrund günstiger Wärmeübergänge (hohe K-Werte) kleiner bauen als ein Rohrschlangen- oder Rohrbündelkühler gleicher Wärmeleistung und gleichen Widerstandes. Außerdem kann der Spiralwärmetauscher, wie Figuren 1 und 2 zeigen, in seiner Form der Kolonne so angepaßt werden, daß der Platzbedarf ein Minimum erreicht.

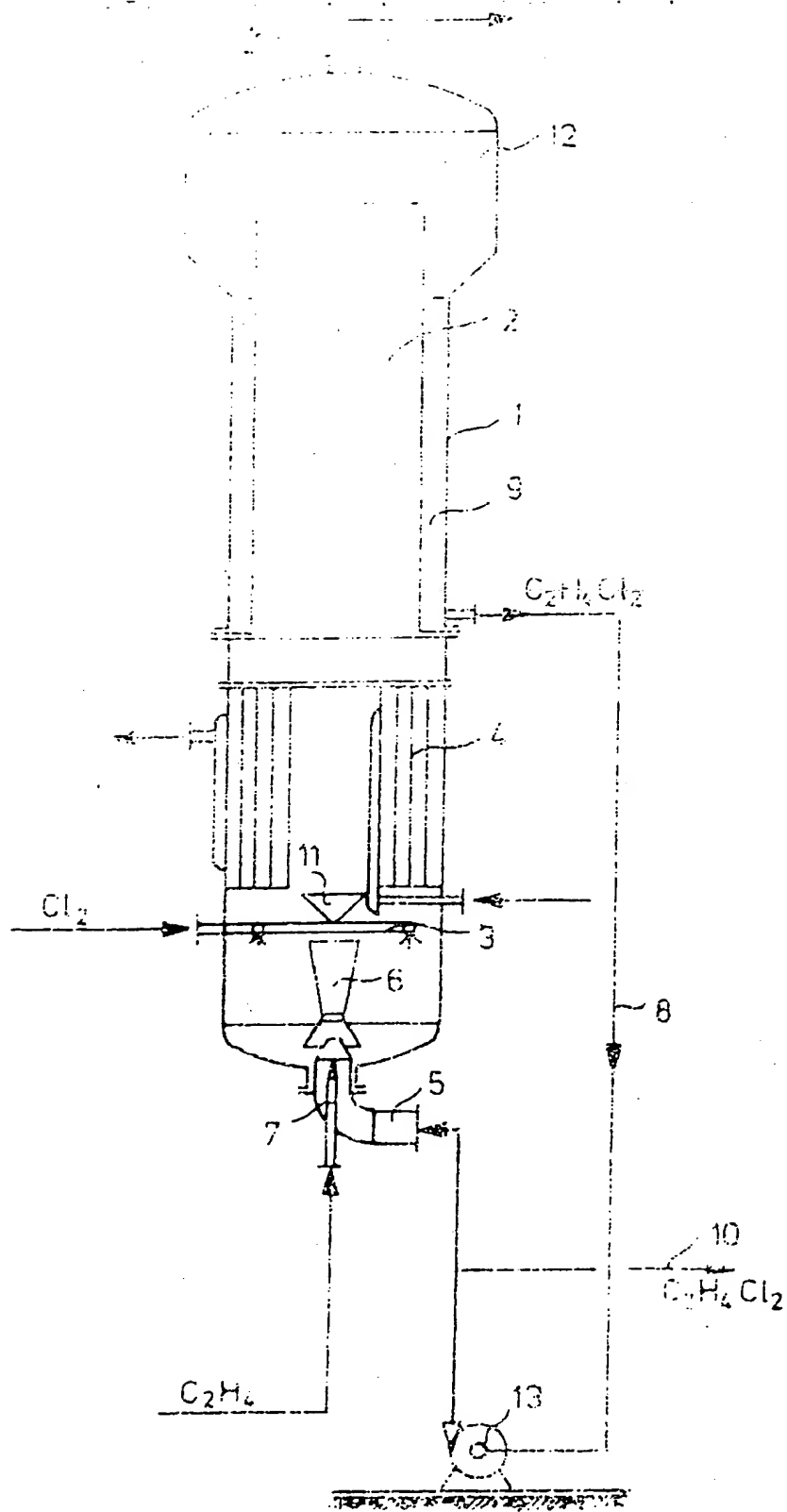


Fig. 1

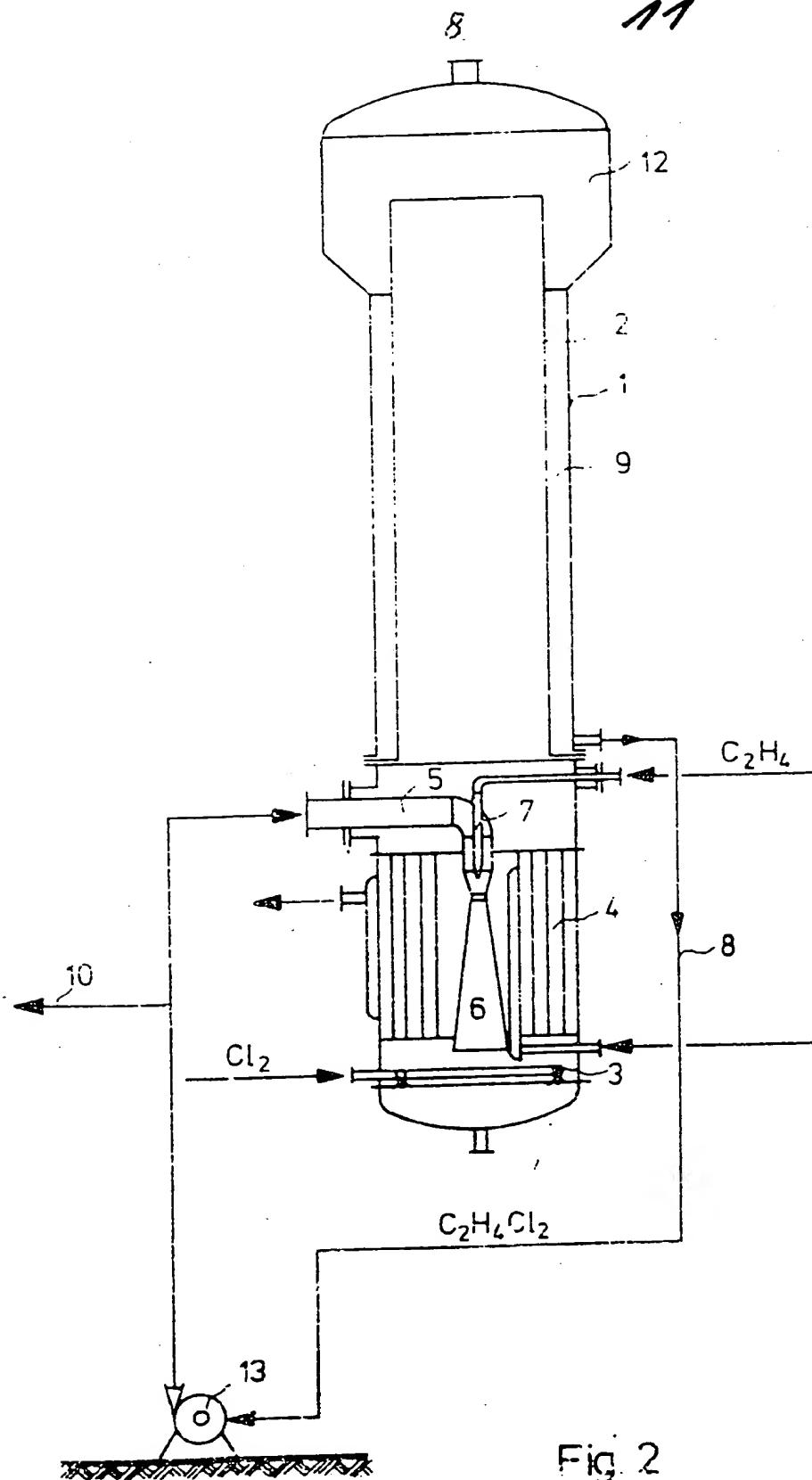


Fig. 2